

Szakmai zárójelentés
az „Erőművi szerkezeti anyagok leromlásának mágneses vizsgálata” című
K 62466. számú OTKA-pályázatról
Témavezető: Dr. Ginsztler János

A Pályázat célkitűzésének megfelelően, a szerkezeti acélokban az erőművi felhasználás során bekövetkező szerkezeti változásokat az ötvözet mágneses tulajdonságainak megváltozásának detektálásával kívántuk jellemezni. Ennek érdekében mágneses mérési módszereket és kiértékelési eljárásokat fejlesztettünk és teszteltünk.

A kutatás során tevékenységünk három fő területre terjedt ki:

- A mágneses mérések eredményeinek kiértékelésére alkalmazható eljárások fejlesztése.
- A mérésiértékelési módszerek tesztelése kísérleti mintasorozatokon.
- Hőfárasztott erőművi mintasorozatok előkészítése és mérése.
- Kúszatott mintasorozatok előkészítése és mérése.

Az erőművi csővezetékek elhasználódását döntően a következő igénybevételek okozzák:

- mechanikai fáradás,
- a ciklikus hőterhelés következtében létrejövő ún. hőfáradás,
- a relatíve magas hőmérsékleten (550-600 C) és nagy nyomáson üzemelő csővezetékek esetén a kúszás,
- továbbá a különböző típusú korróziós folyamatok.

A mechanikai fáradás és a hőfáradás hatására megváltozik a csővezeték alapanyagául szolgáló acél diszlokáció-sűrűsége és diszlokációs szerkezete. A diszlokációk számának jelentős növekedése és sorokba rendeződésük a szubszemcse szerkezet kialakulásához és további igénybevétel esetén a szubszemcseméret csökkenéséhez vezet. E fémtani változások a vizsgált acél mágneses tulajdonságainak megváltozását okozzák. A nehezen megbontható és nagy értékű szerkezetek (csővezetékek) maradék élettartam becslési vizsgálataihoz főként roncsolásmentes és a valós ipari körülmények között elvégezhető vizsgálati módszerek alkalmasak. Ennek megfelelően főként azok a mérési eljárások jöhetnek szóba, amelyek mozgatható formában megvalósíthatóak és valamilyen, a felületre helyezendő mérőfej segítségével működnek. Kutatási munkánk során ilyen az ipari körülmények között is alkalmazható roncsolásmentesen végezhető mágneses mérési- és kiértékelési módszerek fejlesztésével foglalkoztunk.

Vizsgálatainkat számos különböző (a későbbiekben említésre kerülő) acéltípuson végeztük de figyelmünket főként a BME Anyagtudomány és Technológia Tanszékén hőfárasztó vizsgálatnak alávetett 15Mo3 típusú acélból készült, továbbá a kúszatóvizsgálatnak alávetett 1Cr-0.5Mo-0.25V

ferrit-perlites acélból készült mintasorozatokra fókuszáltuk. Ezeket, az acéltípusokat ui. gyakran alkalmazzák kazán túlhevítő- ill. hőerőművi gőzvezeték csövek alapanyagaként.

Az erőművek üzemelése során fellépő felfűtési és leállási ciklusokat kisciklusú hőfárasztó kísérlettel modelleztük. Ennek során a megfelelően kialakított próbatesteket egy megfogó szerkezettel rögzítettük, majd áramot vezettünk át rajtuk egy áramgenerátor segítségével. Ennek hatására a próbatestek felhevültek (hőmérsékletüket az átfolyó áram nagyságával szabályoztuk, és 550 °C-ra állítottuk be), és a gátolt hőtágulás miatt nyomófeszültség lépett fel rajtuk. Ezt követően, megfelelő idő után egy mágnesszelep segítségével, szobahőmérsékletű vízzel hűtöttük le. Ezzel a módszerrel az élettartam előrehaladtának modellezése céljából 100, 300, 2000 és 4000 hőciklust elszenvedett mintasorozatot hoztunk létre (4000 ciklusnál már az ún. mérnöki repedésméret, azaz 0,1 mm volt regisztrálható a mintákon, a továbbiakban ezt az állapotot tekintettük teljesen tönkrement állapotnak).

A mesterségesen igénybevett minták finomszerkezetét minden esetben hagyományos metallográfiai módszerekkel (Olympus PME-3 és PMG-3 típusú fémmikroszkóppal) ill. Philips XL30 típusú pásztázó elektronmikroszkóppal vizsgáltuk meg.

A BME, Anyagtudomány és Technológia Tanszékén kifejlesztettünk és megépítettünk egy új rezgőmintás magnetométer típust (PMVSM). Ennél az elrendezésnél a minta, a szokásostól eltérő módon, a mágneses tér erővonalaiival párhuzamosan rezeg. Ez a párhuzamos rezgetésű elrendezés, egyebek mellett, az alábbi előnyökkel rendelkezik; nagyobb érzékenység, egyszerűbb és gyorsabb mintacsere és pozícionálás, egyszerűbb detektortekercs elrendezés. Mivel a minta rezgőmozgása egy erővonal mentén történik ezért kisebb térfogatban szükséges csak biztosítani homogén mágneses teret, ami kisebb pólusátmérőt így kisebb teljesítményfelvételt is eredményez. Magnetométerünk rendkívül jól használhatónak és hasznosnak bizonyult a kutatási munka során. Egyebek között magnetométerünkkel elvégeztük a hőfárasztó igénybevétel által létrehozott mágneses anizotrópia mérését.

Együttműködve az oxfordi egyetem Engineering Sciences Tanszékével, a BME Anyagtudomány és Technológia Tanszékén kidolgoztuk és számos mintán teszteltük az ún. többfázisú hiperbolikus mágnesezési görbe modellt (MHM). A mérések során az ún. belső mágnesezési görbék (szimmetrikus minor hurkok) sorozatát mérjük és a hurkok csúcspontjainak mértani helyeként adódó első mágnesezési görbére végezzük az illesztést. Az illesztési paraméterek mindegyike fizikai tartalommal bír ezért közvetlenül felhasználható az anyagvizsgálatban. A modell illesztéséhez szükséges szoftvert kidolgoztuk és működését számos mintán (szénacél, FeSi transzformátor lemezek ill. FeNi ötvözetek) teszteltük. A továbbfejlesztett modell segítségével kitűnő illesztéseket kapunk és, egyebek mellett, nagyon jó pontossággal tudjuk a telítési hiszterézis hurkot extrapolálni a felvett első mágnesezési görbe kezdeti szakasza alapján. Munkánkban, a későbbiekben is különösen fontos szerepet

kapott az ún. Többfázisú hiperbolikus mágnesezési modell (Multiphase Hyperbolic Modell – MHM) és az ezen alapuló kiértékelési eljárás (MBDE) fejlesztése és alkalmazása. A modell és a kiértékelési eljárás alkalmazhatóságát igazoltuk ún. Transformation Induced Plasticity (TRIP) acélokon. Továbbá az MBDE eljárást sikeresen alkalmaztuk a hőfárasztott ill. kúszatott mintákon mért mágnesezési görbék kiértékelésére. Igazoltuk, hogy a MBDE kiértékelési eljárás segítségével mérőfej- és légrésfüggetlen módon mérhetjük a mágnesezési görbéket, s ez nagymértékben segíti az eljárás roncsolásmentes anyagvizsgálatban történő alkalmazását.

Kidolgoztunk egy roncsolásmentes mérési eljárást (Magnetic Adaptive Testing, MAT), amely mágneses hiszterézis alhurkok szisztematikus mérésén alapul. Az eljárás lényege, hogy a mérendő minta lemágnesezett állapotából kiindulva fokozatosan növekvő amplitúdójú mágneses térben ciklikusan mágnesezzük a mintát, és mérjük minden hiszterézis alhurok paramétereit. A mért és elmentett nagyméretű adathalmazból sok, anyagtól függő paraméter származtatható. A projekt egyik fontos célkitűzése e mérés technika gyakorlati alkalmazhatóságának vizsgálata volt.

A mérésekhez egy speciálisan erre a célra fejlesztett Permeameter nevű célműszert alkalmaztunk a mágneses hiszterézis alhurkok szisztematikus mérésére. A hasáb, illetve lemez alakú mintákat egy U alakú mágnesező járommal vizsgáltuk, ahol mind a mágnesező mind, pedig az érzékelő tekercs a mágnesező járom lábaira lett tekercselve. A mintákat fokozatosan növekvő amplitúdójú váltakozó térrel mágnesztük és az érzékelő tekercs jelét használtuk fel a minták jellemzésére. A Permeameter-t számítógép vezérelte. A PC számítógép egy adathalmazt rendel mindegyik hiszterézis alhurokhoz, amely adathalmazból egy erre a célra fejlesztett szoftver segítségével nyerjük ki az adott mintát legjobban jellemző adatokat. Az adathalmaz megfelelő feldolgozása után határozható meg az illető anyagban bekövetkezett szerkezeti változást a legjobban – a legnagyobb érzékenységgel, ugyanakkor nagy megbízhatósággal – jellemző mágneses paraméter. Az összes adatot a referencia minta megfelelő adatával hasonlítjuk mindig össze (arra az értékre normáljuk), így a változást könnyű kimutatni. Nagyon határozott, szabályos, lineáris összefüggést mutattunk ki – a mért paraméterek kis szórása mellett – a roncsolásmentesen mért mágneses jellemzők, és a roncsolásos módszerrel kapott hagyományos paraméterek között. Számos kísérletsorozatot végeztünk a Magnetic Adaptive Testing eljárás tesztelésére különféle mintasorozatok esetén, valamint magának a mérési módszernek a tesztelése különféle körülmények között. Ennek során vizsgáltuk a mágnesezés sebességének a hatását a módszer által származtatott paraméterekre. Ez a mágnesezési „sebesség” az egyik legfontosabb jellemzője a mérésnek. Ha túl lassú a mágnesezés, akkor kicsi a mérőtekercsben indukált jel, következésképpen megnő a jel/zaj viszony, és egy minta mérése is sok időt vesz igénybe. Ha viszont nagy sebességűre választjuk a mágnesezést, akkor a mintában keletkezett örvényáramok miatt nagyon kiszélesedik a hiszterézis görbe. Megállapítottuk, hogy minél kisebb a mágnesező tér időegység alatti változása, annál nagyobb érzékenységgel lehet a mintákban bekövetkezett

szerkezeti változásokat kimutatni, tehát ha minél nagyobb érzékenységre törekszünk, a viszonylag lassú, 1-2 kA/m/s értéknél kisebb térváltozást kell biztosítani. Ugyanakkor, ha az érzékenység nem annyira kritikus, a mérési módszer által generált nagy adathalmaz más elemeit használva, találunk olyan paramétereket is, amelyek ugyan kisebb (de még elfogadható) érzékenységgel, szintén jó megbízhatósággal, és a mágnesezés sebességétől gyakorlatilag függetlenül írják le a szerkezeti változásokat. Így akár 50-60 kA/m/s sebességet is választhatunk. Az optimális értéket mindig az illető minta sajátosságai, és a megkövetelt egyéb mérési körülmények figyelembe vételével kell meghatározni. Egy másik mérési sorozatban a minta hőmérsékletének hatását vizsgáltuk a mért mágneses paraméterekre. Ez a majdani ipari alkalmazás szempontjából rendkívül fontos, ugyanis például a jelenlegi mérnöki gyakorlatban sokszor alkalmazott örvényáramú mérés nagyon érzékeny a hőmérséklet megváltozására. Öntöttvas mintákon mérve kimutattuk, hogy az általunk vizsgált (20°C-180°C) hőmérsékleti tartományban a mágneses paraméterek gyakorlatilag hőmérséklet függetlenek. Igen fontos eredménynek – és a módszerünk használhatósága bizonyítékának – tartjuk, hogy ausztenites rozsdamentes acéllemezekben (amely anyagtípus többek között az atomreaktorok primer köri nyomástartó edényeinek és csővezetékeinek gyakran használt anyaga) a képlékeny alakváltozás hatását nagy érzékenységgel ki tudtuk mutatni.

Összefoglalva a MAT eljárás vizsgálata során kapott eredményeinket, elmondhatjuk, hogy a mágneses hiszterézis alhurkok szisztematikus mérése és kiértékelése alapján, roncsolásmentesen meghatározott paraméterek igen jól tükrözik az adott anyagban bekövetkező anyagszerkezeti változásokat. A munka eredményére támaszkodva, megítélésünk szerint, jó esély van arra, hogy a ferromágneses anyagból készült szerkezeti anyagok (pl. erőművi tartályok, egyéb berendezések, csővezetékek) rendszeres megbízhatósági ellenőrzését, maradék élettartam becslését roncsolásmentesen végezhető mágneses mérésekkel végezzük el.

A mágneses tulajdonságok további vizsgálataihoz összeállítottunk egy kvázi-DC hiszterográfot és mérési módszereket dolgoztunk ki a hiszterézis tulajdonságok feltérképezésére.

Az alkalmazott „ballisztikus” módszer segítségével lehetőségünk van a valódi sztatikus hiszterézis görbe felvételére. A sztatikus mágnesezési görbe a lépcsőzetesen változó mágnesező tér hatására mérhető, ún. inkrementális permeabilitás integrálásából származik.

Módszert dolgoztunk ki a koercitív tér és az anizotrópia tér eloszlások ($p(H_c)$ és $p(H_k)$) mérésére, amivel egy „kétpúpú” mágnesezési „spektrum” felvétele vált lehetővé.

Kísérleti módszert dolgoztunk ki a doménrotációval (DR) és a doménfalmozgással (DWM) járó mágnesezési folyamatok szétválasztására. Nagyon kis amplitúdójú, váltakozó gerjesztés mellett mért, a reverzibilis permeabilitás térfüggéséből integrálással határozható meg a DR komponens

mágnesezési görbéje, amíg a DWM komponens a ballisztikus módszerrel mért inkrementális permeabilitás és a reverzibilis permeabilitás különbségének az integrálásával kapott görbe.

Elméletileg továbbfejlesztettük a hiperbolikus függvényre alapozott hiszterézis modellt azzal, hogy megjelenítettük a részma gnesezési folyamatokat is a növekvő mágnesező tér függvényében, úgymint (I) doménfal kihajlás (DWB), (II) doménfal ugrás (DWJ), (III) doménfal megsemmisülés illetve doménfal nukleáció (DWAN), valamint a végig jelenlevő (IV) doménrotáció (DR). Mindegyik részfolyamatot 3 paraméter ír le, ezeknek a komponenseknek megfelelően az eredeti 3 paraméter helyett 6 majd 9 paraméterrel értünk el egyre tökéletesebb illesztést, attól függően, hogy az előbb említett 4 részfolyamatból hány szerepel hangsúlyosan az adott anyagban.

Kísérleti módszert dolgoztunk ki a hiszterézismentes, az első mágnesezési (szűz) a normál és az elsőrendű visszatérési mágneses görbék felvételére. Ezek a görbék szorosan kötődnek az anyag szerkezeti változásaihoz.

A hiperbolikus hiszterézis modellre alapozva képeztük a hiszterézismentes görbére támaszkodó szűzgörbe sorozat és a telítési hiszterézis hurok lemenő ágára támaszkodó elsőrendű visszatérési görbesorozat kevert második deriváltjait. Így egy kétdimenziós, jellegzetes görbefelületet kaptunk, ami az adott anyag egy újfajta mágnesezési „ujjlenyomatának” felel meg.

A kvázi-DC hiszterográft széles körben alkalmaztuk különböző lágymágneses anyagokon és a következő új felismerésekre jutottunk:

Azt találtuk, hogy a mágnes térrel indukált anizotrópia aktiválási energiája hasonló az amorf-kristályos fázisátalakulás aktiválási energiájához. Az aktiválási energiát az indukált anizotrópia hőmérséklet és időfüggéséből határoztuk meg a szokásos Kronmüller-féle relaxációs modell alkalmazásával. Az indukált anizotrópia energiát az anizotrópia tér és a mágneses telítés értékeiből határoztuk meg. Az anizotrópia terület DC hiszterográf segítségével határoztuk meg a hiszterézis hurok visszajövő (remanens) ágának a pontos mérése révén meghatározható kétszeres derivált segítségével

A roncsolásmentes anyagvizsgálatok során általában nyílt mágneses kört tartalmazó mérőfej segítségével történnek a mérések. Az itt fellépő lemágnesező tér egyenértékűnek tekinthető egy alakbanizotrópiával. Felismertük, hogyan állítható elő a csak az anyagra jellemző (zárt mágneses kör) hiszterézis görbe a nyílt mágneses körön kapott mágnesezési görbéből.

A roncsolásmentes anyagvizsgálat irodalma egy sor, ún. skálatörvényt állapított meg a telítetlen mágnesezési hurkok jellemzői és a makroszkopikus anyagtulajdonságok (pl. keménység) között, ami igen előnyös abból a szempontból, hogy nem igényli a minta teljes telítését, elegendő kis gerjesztéseknél dolgozni. Ezek a skálatörvények a mágneses jellemzőket a relatív telítési és a relatív remanens mágnesség hatványfüggvényeként fejezi ki, ahol a telítési mágnesezési görbe értékekre vonatkoztatjuk a relatív (remanencia, koercitív tér, és különböző mágnesezési pontokban definiált permeabilitás) értékeket. A leghíresebb skálatörvény a Steinmetz-féle, ami a

hiszterézis hurok területét (a hiszterézis veszteséget) fejezi ki a relatív telítési mágnesezettség hatványfüggvényeként, ahol a hatványkitevő 1,6 anyagtól függetlenül. Az anyagszerkezettől csupán a hatvány együtthatója függ ez korrelálható az anyagi jellemzőkkel.

A közelmúltban Takahashi [Journal of Applied Physics 100, 113908 (2006)] hasonló skálatörvényeket állapított meg a telítetlen hiszterézis hurkokra, úgy hogy a relatív remanencia függvényében ábrázolta a tárolt energiát kifejező részterületet (a hurok második negyedbe eső része), a koercitív teret és a permeabilitást. Ezt a skálatörvényt alkalmaztuk különböző lágymágneses anyagokra és megállapítottunk egy újabb (irodalomban még nem ismert) skálatörvényt a telítetlen koercitív tér és a normál (más néven kommutációs) mágnesezési értékek között.

Módszert dolgoztunk ki mágnesezési görbéhez kapcsolódó különböző részterületek meghatározására és ezt ábráztuk a pillanatnyi mágnesezési érték függvényében. Ezen úgynevezett skála-összefüggéseket meghatároztuk az ultra lágy Finemet nanokristályos ötvözetekre (elsőként az irodalomban) és értelmeztük a mágnesezési mechanizmusok segítségével a hiperbolikus mágnesezési modellre alapozva.

Eredményeinket a szakma legfontosabb nemzetközi folyóirataiban ill. konferenciáján mutattuk be (International Conference on Soft magnetic Materials SMM19, Torino-2009).

Megítélésünk szerint a kutatás eredményei nagymértékben hozzájárulnak olyan újabb roncsolásmentes vizsgálati eljárások kifejlesztéséhez, amelyek megbízható információt szolgáltatnak a vizsgált szerkezeti elemek elhasználódásának mértékéről, s így lehetővé teszik azok maradék élettartamának a jelenleginél pontosabb becslését.